

**ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC**

PHẠM THỊ PHƯƠNG THẢO

**NGHIÊN CỨU ĐẶC TRƯNG CẤU TRÚC
VÀ TÍNH CHẤT CỦA VẬT LIỆU GEOTHITE
ỨNG DỤNG XỬ LÝ KIM LOẠI NẶNG**

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

THÁI NGUYÊN, NĂM 2017

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

PHẠM THỊ PHƯƠNG THẢO

**NGHIÊN CỨU ĐẶC TRƯNG CẤU TRÚC
VÀ TÍNH CHẤT CỦA VẬT LIỆU GEOTHITE
ỨNG DỤNG XỬ LÝ KIM LOẠI NẶNG**

Chuyên ngành: Hoá phân tích

Mã số: 60.44.01.18

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

Người hướng dẫn khoa học: TS. Nguyễn Đình Vinh

THÁI NGUYÊN, NĂM 2017

LỜI CẢM ƠN

Lời đầu tiên tôi xin được gửi tới **TS. Nguyễn Đình Vinh** lời biết ơn chân thành và sâu sắc nhất. Người đã trực tiếp giao đề tài và tận tình chỉ bảo, hướng dẫn, truyền đạt những kinh nghiệm quý báu, giúp đỡ tôi trong quá trình nghiên cứu và hoàn thành luận văn.

Tôi xin chân thành cảm ơn các thầy cô Trường Đại học Khoa học Tự nhiên - ĐH Quốc Gia Hà Nội. Viện Vệ sinh Dịch tễ Trung ương. Viện Hóa học - Viện hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam. Khoa Hóa học- Trường Đại học Sư phạm Hà Nội, Khoa Hoá học - Trường Đại học Khoa học - Đại học Thái Nguyên đã tạo điều kiện cho tôi hoàn thành luận văn này.

Và tôi cũng xin chân thành cảm ơn đơn vị cơ quan nơi tôi công tác đã tạo điều kiện để tôi học tập, nghiên cứu hoàn thành tốt bản luận văn. Cuối cùng tôi xin được cảm ơn những người thân trong gia đình, đã luôn động viên, cổ vũ để tôi hoàn thành tốt luận văn của mình.

Thái Nguyên, ngày 16 tháng 5 năm 2017

Tác giả

Phạm Thị Phương Thảo

MỤC LỤC

LỜI CẢM ƠN	a
MỤC LỤC.....	b
DANH MỤC CÁC HÌNH.....	d
DANH MỤC CÁC BẢNG.....	f
DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU VÀ CHỮ VIẾT TẮT	d
MỞ ĐẦU	1
Chương 1. TỔNG QUAN	3
1.1. Tổng quan về kim loại nặng.....	3
1.1.1. Định nghĩa.....	3
1.1.2. Ảnh hưởng của một số kim loại nặng tới sinh vật và con người	3
1.1.3. Hiện trạng ô nhiễm kim loại nặng trong nước ở Việt Nam	5
1.1.4. Các phương pháp xử lí kim loại nặng trong nước	6
1.2. Tổng quan về vật liệu α -FeOOH.....	9
1.2.1. Giới thiệu về oxi-hidroxit sắt	9
1.2.2. Vật liệu goethite, α -FeOOH	11
1.3. Cơ chế hấp phụ của vật liệu FeOOH	12
1.3.1. Cơ sở lí thuyết	12
1.3.2. Sự hấp phụ của vật liệu FeOOH	18
1.4. Ứng dụng của vi sóng trong tổng hợp vật liệu.....	19
1.5. Các phương pháp xác định đặc trưng của vật liệu	20
1.5.1. Phương pháp nhiễu xạ tia X XRD	20
1.5.2. Phương pháp hiển vi điện tử quét (SEM)	21
1.5.3. Phương pháp phân tích nhiệt.....	21
1.5.4. Phổ hồng ngoại.....	22
1.5.5. Phương pháp đo diện tích bề mặt riêng BET	22
Chương 2. THỰC NGHIỆM	23
2.1. Hóa chất và thiết bị	23
2.1.1. Hóa chất	23
2.1.2. Thiết bị	23

2.2. Nghiên cứu chế tạo vật liệu FeOOH.....	24
2.2.1. Nghiên cứu ảnh hưởng của giá trị pH.....	24
2.2.2. Nghiên cứu ảnh hưởng của nhiệt độ.....	24
2.2.3. Nghiên cứu ảnh hưởng của vi sóng.....	24
2.3. Các phương pháp xác định đặc trưng của vật liệu.....	24
2.3.1. Phương pháp nhiễu xạ tia X (XRD).....	24
2.3.2. Phương pháp hiển vi điện tử quét.....	24
2.3.3. Phương pháp phân tích nhiệt.....	25
2.3.4. Phương pháp phổ hồng ngoại.....	25
2.3.5. Phương pháp đo diện tích bề mặt BET.....	25
2.4. Nghiên cứu khả năng hấp phụ kim loại nặng trên vật liệu goethite.....	25
2.4.1. Thí nghiệm hấp phụ.....	25
2.4.2. Xác định hàm lượng KLN trong dung dịch bằng phương pháp F-AAS.....	26
Chương 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN.....	29
3.1. Chế tạo vật liệu α -FeOOH.....	29
3.1.1. Ảnh hưởng của pH.....	29
3.1.2. Ảnh hưởng của nhiệt độ.....	30
3.1.3. Ảnh hưởng của vi sóng.....	32
3.1.4. Một số đặc trưng của vật liệu.....	34
3.2. Kết quả nghiên cứu hấp phụ Pb và Cd.....	37
3.2.1. Hấp phụ ion riêng rẽ.....	37
3.2.2. Hấp phụ hỗn hợp ion.....	43
3.3. Kết quả nghiên cứu hấp phụ Cr(VI).....	44
3.3.1. Ảnh hưởng của pH dung dịch.....	44
3.3.2. Ảnh hưởng của thời gian tiếp xúc và mô hình động học hấp phụ.....	45
3.4.3. Ảnh hưởng của nồng độ ban đầu và đường đẳng nhiệt hấp phụ.....	47
KẾT LUẬN.....	50
TÀI LIỆU THAM KHẢO	
PHỤ LỤC	

DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU VÀ CHỮ VIẾT TẮT

AAS (Atomic Absorption Spectroscopy)	Phổ hấp thụ nguyên tử
DTA (Differential Thermal Analysis)	Phân tích nhiệt vi sai
FT-IR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy)	Phổ hồng ngoại
SEM (Scanning Electron Microscopy)	Hiển vi điện tử quét
TEM (Transmission Electron Microscopy)	Hiển vi điện tử truyền qua
TGA (Thermal Gravimetric Analysis)	Phân tích nhiệt trọng lượng
XRD (X-Ray Diffraction)	Nhiễu xạ tia X

DANH MỤC CÁC HÌNH

Bảng 1.1.	Các phương trình hấp phụ đẳng nhiệt.....	14
Bảng 2.1.	Danh mục hóa chất sử dụng trong đề tài	23
Bảng 2.2.	Danh mục thiết bị sử dụng trong đề tài.....	23
Bảng 2.3.	Các thông số kỹ thuật sử dụng xác định Cd, Cr và Pb trong dung dịch	26
Bảng 3.1.	Kết quả BET của mẫu goethite	37
Bảng 3.2.	Các thông số động học của mô hình bậc hấp phụ Pb(II) và Cd(II) trên goethite	40
Bảng 3.3.	Các thông số của phương trình hấp phụ đẳng nhiệt Langmuir và Freunlich đối với sự hấp phụ Pb(II) và Cd(II) trên goethite.....	42
Bảng 3.4.	Các thông số động học của mô hình bậc hấp phụ Cr(VI) trên goethite	46
Bảng 3.5.	Các thông số của phương trình hấp phụ đẳng nhiệt Langmuir và Freunlich đối với sự hấp phụ Cr(VI) trên goethite	48

DANH MỤC CÁC BẢNG

Hình 1.1.	Cấu trúc tinh thể của goethite [26].....	11
Hình 1.2.	Đường hấp phụ đẳng nhiệt Langmuir dạng tuyến tính	15
Hình 1.3.	Đường đẳng nhiệt hấp phụ Freundlich dạng tuyến tính.....	16
Hình 1.4.	Đồ thị dạng tuyến tính của mô hình động học bậc 1	18
Hình 1.5.	Sơ đồ tia tới và tia phản xạ trên tinh thể chất rắn khi tia X lan truyền trong chất rắn	20
Hình 2.1.	Đường chuẩn Pb.....	27
Hình 2.2.	Đường chuẩn Cd	28
Hình 2.3.	Đường chuẩn Cr.....	28
Hình 3.1.	Giản đồ XRD của mẫu hình thành ở các giá trị pH khác nhau.....	29
Hình 3.2.	Giản đồ XRD của các mẫu hình thành ở các nhiệt độ khác nhau.....	31
Hình 3.3.	Ảnh SEM của các mẫu hình thành ở các nhiệt độ khác nhau.....	31
Hình 3.4.	Giản đồ XRD của các mẫu được tổng hợp với sự hỗ trợ của vi sóng	32
Hình 3.5.	Ảnh SEM của các mẫu hình thành dưới tác động của vi sóng	33
Hình 3.6.	Giản đồ XRD của các mẫu được tổng hợp với sự hỗ trợ của vi sóng	34
Hình 3.7.	Ảnh SEM của vật liệu goethite	35
Hình 3.8.	Phổ hồng ngoại của vật liệu	36
Hình 3.9.	Ảnh hưởng của pH dung dịch đến sự hấp phụ Pb(II) và Cd(II)	38
Hình 3.10.	Ảnh hưởng của thời gian tiếp xúc đến sự hấp phụ Pb(II) và Cd(II)	39
Hình 3.11.	Đường biểu diễn mô hình động học bậc 1 của sự hấp phụ Pb(II) và Cd(II).....	39
Hình 3.12.	Đường biểu diễn mô hình động học bậc 2 của sự hấp phụ Pb(II) và Cd(II).....	40
Hình 3.13.	Dung lượng hấp phụ Pb(II) và Cd(II) trên goethite với các nồng độ ion Pb(II) và Cd(II) ban đầu khác nhau	41
Hình 3.15.	Đường đẳng nhiệt Freundlich dạng tuyến tính cho sự hấp phụ Pb(II) và Cd(II) trên goethite	42

Hình 3.16. Sự biến đổi của dung lượng hấp phụ ion kim loại trên goethite ở các nồng độ Cd(II) ban đầu khác nhau	43
Hình 3.17. Độ hấp phụ Cr(VI) trên goethite ở các giá trị pH khác nhau.....	44
Hình 3.18. Độ hấp phụ Cr(VI) trên goethite ở các khoảng thời gian khác nhau	45
Hình 3.19. Đường biểu diễn mô hình động học bậc 1 của sự hấp phụ Cr(VI)	46
Hình 3.20. Đường biểu diễn mô hình động học bậc 2 của sự hấp phụ Cr(VI)	46
Hình 3.21. Sự phụ thuộc của độ hấp phụ và dung lượng hấp phụ Cr(VI) vào nồng độ Cr(VI) ban đầu	47
Hình 3.22. Đường đẳng nhiệt Langmuir dạng tuyến tính cho sự hấp phụ Cr(VI) trên goethite.....	48
Hình 3.23. Đường đẳng nhiệt Freundlich dạng tuyến tính cho sự hấp phụ Cr(VI) trên goethite.....	48

MỞ ĐẦU

Ô nhiễm nước bởi các kim loại nặng và chất hoạt động bề mặt là một vấn đề toàn cầu. Nó phá hủy hệ sinh thái và gây nguy hại đến sức khỏe loài người do đó việc tìm ra các biện pháp khắc phục và các phương pháp xử lý nước có vai trò rất quan trọng đối với sự phát triển của mỗi quốc gia. Trong những năm gần đây, các nhà khoa học nghiên cứu chế tạo các loại vật liệu khác nhau để ứng dụng trong xử lý nước, trong đó vật liệu hấp phụ tỏ ra có khả năng ứng dụng rất lớn, đặc biệt là các loại vật liệu có chứa sắt như các oxit sắt, các composit chứa sắt...

Các oxo-hydroxit sắt có nhiều ưu điểm như khả năng hấp phụ tốt đối với các ion kim loại nặng và chất hoạt động bề mặt, hơn nữa chúng có độ bền cao và đơn giản trong việc chế tạo nên đã được nhiều nhà khoa học trên thế giới nghiên cứu và đưa vào ứng dụng một cách hiệu quả trong xử lý nước.

Tuy nhiên, ở Việt Nam thì loại hợp chất này chưa được sử dụng nhiều trong quy trình xử lý nước, do đó việc nghiên cứu tổng các oxo-hydroxit sắt cũng như việc xây dựng quy trình công nghệ để xử lý nước bằng các loại vật liệu này có nhiều ý nghĩa cả về lý thuyết lẫn thực tiễn. Bằng việc nghiên cứu các điều kiện thích hợp để tổng hợp vật liệu sẽ góp phần vào sự phát triển lý thuyết về điều kiện hình thành, cấu trúc cũng như các đặc tính của loại vật liệu này. Việc xây dựng quy trình ứng dụng loại vật liệu này trong xử lý nước có ý nghĩa rất lớn về mặt thực tiễn trong việc loại bỏ các chất ô nhiễm ra khỏi nước, hơn nữa nó phù hợp với xu hướng nghiên cứu hiện nay của các nhà khoa học trong và ngoài nước.

Do đó việc lựa chọn đề tài "*Nghiên cứu đặc trưng cấu trúc và tính chất của vật liệu goethite ứng dụng xử lý kim loại nặng*" có nhiều ý nghĩa về khoa học và thực tiễn.

Mục tiêu và nội dung nghiên cứu của luận văn

1. Mục tiêu

- Chế tạo thành công vật liệu nano goethite
- Thử nghiệm khả năng hấp phụ các ion Pb(II), Cd(II), Cr(VI) trên vật liệu